

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-231266

(43) 公開日 平成8年(1996)9月10日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/10			C 0 4 B 35/10	Z 1-5
H 0 1 L 21/205			H 0 1 L 21/205	
21/3065			21/302	B

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 9 頁)

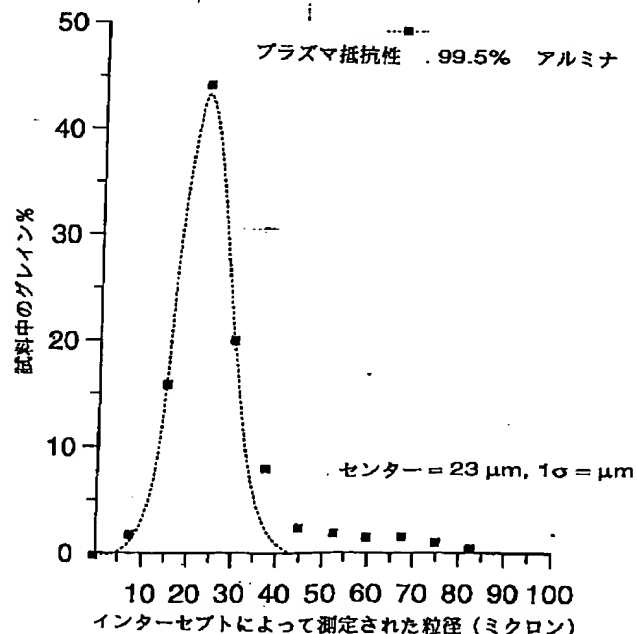
(21) 出願番号	特願平7-270363	(71) 出願人	390040660 アプライド マテリアルズ インコーポレ イテッド APPLIED MATERIALS, I NCORPORATED アメリカ合衆国 カリフォルニア州 95054 サンタ クララ パウアーズ ア ベニュー 3050
(22) 出願日	平成7年(1995)10月18日	(72) 発明者	ティモシー エス. ダイヤー アメリカ合衆国, カリフォルニア州 95014, キュバティノ, メドウ プレ イス 10397 ビー
(31) 優先権主張番号	08/325672	(74) 代理人	弁理士 長谷川 芳樹 (外4名)
(32) 優先日	1994年10月18日		最終頁に続く
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

(54) 【発明の名称】 プラズマ弗素抵抗性の多結晶アルミナセラミック材料および作製法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 半導体プロセス装置などの苛酷な化学環境において使用される弗素プラズマによるエッチングに対して抵抗性を有するアルミナセラミック材料の提供。

【解決手段】 プラズマ弗素抵抗性の多結晶アルミナ・セラミック材料は、重量で約99.5%~99.8%のアルミナと、重量で約0.5%~0.2%のバインダーを含み、且つ、単モードの粒径分布を有する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 プラズマ弗素抵抗性の多結晶アルミナ・セラミック材料。

【請求項2】 単モード (unimodal) の粒径 (grain size) 分布を有する請求項1記載のセラミック材料。

【請求項3】 前記単モードの粒径分布が、約  $15\mu\text{m}$  と約  $30\mu\text{m}$  との間に中心を有する (centered) 請求項2記載のセラミック材料。

【請求項4】 重量で約  $99.5\text{wt}\%$  ～  $99.8\text{wt}\%$  のアルミナと、約  $0.5\sim 0.2\text{wt}\%$  のバインダーとを含み、且つ、約  $15\mu\text{m}$  と約  $30\mu\text{m}$  との間に中心を有する単モードの粒径分布を有するプラズマ弗素抵抗性の多結晶アルミナ・セラミック材料。

【請求項5】 (i) 約  $99.5\text{wt}\%$  ～  $99.8\text{wt}\%$  のアルミナと、約  $0.5\sim 0.2\text{wt}\%$  のバインダーとを含み、且つ単モードの粒径分布を有する粉体から素地 (green body) を形成するステップと、

(ii) 該素地を焼結するステップとを含む、プラズマ弗素抵抗性の多結晶アルミナ・セラミック材料の製造方法。

【請求項6】 請求項5記載の方法によって製造されたセラミック材料。

【請求項7】 請求項1記載のセラミック材料を含む製品 (article of manufacture) 。

【請求項8】 請求項4記載のセラミック材料を含む製品。

【請求項9】 真空プロセス装置 (vacuum processing apparatus) とともに使用するための構成要素 (component) である請求項7記載の製品。

【請求項10】 チャック、ノズル、サセプター、ヒーター・プレート、クランプ・リング、シールド環、ウエハ・ボート、およびチャンパー壁からなる群から選ばれる請求項9記載の製品。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、弗素プラズマによるエッチングに対して非常に強い抵抗性を有する (highly resistant)、改良されたアルミナ・セラミック材料に関する。本発明は、更に、該改良されたセラミック材料を作製する方法、および、該改良されたセラミック材料を含む、半導体プロセス装置の構成要素ないし部品 (components) 等の製品 (article of manufacture) に関する。

## 【0002】

【従来の技術】半導体プロセス装置は、一般に、苛酷な化学環境に対して抵抗性の構成要素を必要とする。例えば、チャンパー・クリーニングのプロセスの間、化学気相堆積 (CVD) リアクター中では、典型的には高密度の弗素プラズマ環境が生成される。フルオロカーボンおよび他の弗素含有ガス (例えば、 $\text{CF}_4$ 、 $\text{O}_2$  プラズ

マ) から遊離した (librated) プラズマ弗素は、CVD リアクターのチャンパー中に堆積した誘電体膜残渣 (residue) を除去するために使われる。弗素プラズマは、半導体ウエハ上の酸化物皮膜のエッチングのためにも使われる。

【0003】非常に低い圧力、低いイオン・エネルギー ( $4\sim 10\text{eV}$ ) および高いイオン密度によって特徴づけられる、このようなプラズマは、特に腐食性 (corrosive) である。

10 【0004】セラミック材料は、1994年4月26日に  
に出願された、Nowak らの米国特許出願シリアルNo.  
08/234, 746号に記載されたようなCVDリア  
クター等の構成要素を生産するために使われている。典  
型的な (exemplary) CVDリアクターを図1に示す。  
この典型的なリアクターは、真空チャンパー10と、真  
空ポンプ12と、ガス注入ノズル (gas injection nozz  
les) 14を支持する金属ハウジング18中においてガ  
ス供給リング・マニホールド16に接続された該ガス注  
入ノズル14とを含む。該チャンパー10は、平らな円  
20 板 (planar disk) 24を囲む部分的ドーム状 (dome-  
shaped) または半球状 (hemispherical) の環 (annulus  
) 22からなる壁・ないしシーリング20を有してい  
る。該ドーム状の環22は絶縁体 (insulator) からな  
り、且つ、らせん状に巻かれた (helically coiled) 高  
周波 (RF) アンテナ26を支持している。シーリング  
24は、伝導体からなる。チャンパー10の底は、ウエ  
ハ45を保持するためのウエハ・ペDESTAL44を含ん  
でいてもよく、好ましくは、ウエハ45の上表面 (top  
surface) と同一平面上 (coplanar with) で、ウエハ  
30 45を囲む誘電性の環44aを含んでいてもよい。ウエ  
ハ・ペDESTAL44は、チャック、特に静電的なチャッ  
クのような特徴ないし機構 (features) を含んでいても  
よい。

【0005】図1の典型的なリアクターにおいては、ガ  
ス注入ノズル14、半球状の環22、ウエハ・ペDESTA  
ル44、および誘電性の環44aを含む構成要素は、好  
ましくは、セラミック材料等のプラズマ弗素抵抗性の材  
料からなる。半導体のプロセスにおいて共通に用いられ  
る他の構成要素、例えば、ヒーター・プレート、サセプ  
ター、シールド環 (ring)、およびウエハ・ボート (bo  
at) も、このような材料からなることが好ましい。

40 【0006】大部分の材料は、人工のもの (man-made)  
にせよ自然に生じたにせよ、プラズマ弗素に対する抵抗  
性は不十分であり、プラズマ弗素環境下では非常に速く  
エッチングされる。高密度の弗素プラズマに耐えること  
のできる既知の材料は、ほとんどない (few)。理論的  
には、サファイヤまたは99.9%アルミナ等の高純度  
アルミナセラミックスは、低エネルギー、高密度の弗素  
プラズマに対して長期耐久性 (prolonged resistance)  
50 を示すものと期待されていた (例えば、Lee ら、J. Ap

pl. Phys. 68 (10)、1990年11月15日号を参照)。このような材料は、弗素プラズマへの暴露 (exposure) に際して弗化アルミニウム (AlF) 層を形成し、これが該材料を不動態化するように作用すると考えられている。純粋な単結晶アルミナたるサファイヤは、テストされたことが公知であるものの中で、最も遅いエッチング材料の一つであり、低エネルギー (4~10 eV) で約50オングストローム/hourのエッチング速度、および573~650 Kの温度での高密度弗素プラズマを有する高密度弗素プラズマ環境下で用いられている。

【0007】しかしながら、同じ条件下で、多結晶アルミナ・セラミックスは300~2000オングストロームの速度でエッチングされることが観測されている。多結晶アルミナ・セラミックスは、典型的には、約99.5~99.9%のアルミナと、約0.5~0.1%のシリカ等のバインダー相とからなる。典型的な工業的多結晶アルミナセラミックスは、図2に示すような、粒径 (grain size) における双モードないし双峰性の (bimodal) 分布、すなわち、粒径の全範囲にわたって最も頻度が高い値を2つ有する分布、を有するマイクロ構造 (microstructure) を示す。図3は、このような従来技術の多結晶アルミナ・セラミックの典型的な双モード粒径分布を示す。

#### 【0008】

【発明が解決しようとする課題】従来技術の多結晶アルミナセラミックスの双モードのマイクロ構造は、該セラミックスに対して優れた物理的強度を与える。しかしながら、双モードの粒径分布の結果として、このようなアルミナ・セラミックスは、典型的には、小さいグレインを囲む大きな「シリカに富む領域 (silica-rich areas)」を含むこととなる。このような「シリカに富む領域」は、図2中に容易に見ることができる。この「シリカに富む領域」は、非常に弗素攻撃を受けやすく、典型的には、低エネルギーの高密度プラズマ弗素への暴露に際して、96000オングストローム/hour以上の速度でエッチングされる。該シリカ・バインダーが失われると、これに埋め込まれたアルミナの小さい粒子は遊離し (いわゆる「グレイン引き抜き (grain pull-out)」)、アルミニウムのオキシ弗化物 (oxyfluoride) の粒子を形成する。この結果、公知のアルミナ・セラミックスは、典型的には直径0.1~2 μmのアルミニウム・オキシ弗化物の粒子をCVDチャンパー中に放出しつつ崩壊することが、しばしばある。

【0009】プラズマ弗素に対して改良された抵抗性を示す多結晶アルミナ・セラミック材料を提供することは望ましいだろう。このような材料は、例えばCVDないしエッチング・チャンパー等の真空プロセス装置における構成要素の生産において、その応用を見出すことは容易であろう。この新規なセラミック材料を生産するため

の改良された方法を提供することは、更に望ましいだろう。

#### 【0010】

【課題を解決するための手段】本発明の一つの側面 (aspect) に従えば、プラズマ弗素抵抗性の多結晶アルミナ・セラミック材料が提供される。

【0011】本発明のより特定の側面に従えば、該セラミック材料は、重量で約99.5~99.8%のアルミナと、約0.5~0.2%のバインダーとを含む。

10 【0012】本発明の他の特定の側面に従えば、該アルミナ・セラミック材料は、単モードないし単峰性 (unimodal) の粒径分布、特に、約15 μm~30 μmを中心とする (centered) 分布、を有する。

【0013】本発明の他の側面に従えば、プラズマ弗素抵抗性の多結晶アルミナ・セラミック材料を生産するための方法は、約99.5~99.8重量%のアルミナと、約0.5~0.2重量%のバインダーとを含み、且つ単モードの粒径分布を有する素地ないし坯土 (green body) を形成する工程と、該素地を焼結する工程とを含む。

20

【0014】本発明の更に他の側面に従えば、上記の方法に従って生産されたセラミック材料が提供され、且つ、該セラミック材料からなる製品が提供される。

【0015】本発明の他の目的、特徴および長所は、以下の詳細な説明から当業者にとって明らかとなるであろう。しかしながら、本発明の好適な態様を示すのに伴う、これらの詳細な説明および特定の実施例は、例示であって制限的でないと理解すべきである。本発明の範囲内において、その精神から外れることなく多くの変化ないし修正が可能であり、本発明はこのような修正の全てを包含する。

30

【0016】添付の図面を参照することによって、本発明は、より容易に理解されるであろう。

#### 【0017】

【発明の実施の形態】我々は、粒径の単モード分布を有する多結晶アルミナ・セラミック材料が、プラズマ弗素の攻撃に対して非常に抵抗性であることを発見した。

【0018】1. 発明の (inventive) 材料の性質  
該発明の材料は、約99.5wt%~約99.8wt%のアルミナを含む。残りの約0.5wt%~0.2wt%はバインダー、典型的には、シリカ、CaOおよびMgOの混合物を含む。該バインダー中でグレイン成長コントロールを助けるために、MgOを含むことは有益である。

40

【0019】該材料は、アルミナ粒径の単モードの分布によって特徴づけられる。「単モード」との用語は、(双モードの分布の最も頻度が高い2つの値とは反対に) その分布が最も頻度が高い単一の粒径の値、すなわちモード、を有することをいう。

50

【0020】好ましくは、その分布は約15 μm~30

$\mu\text{m}$ 、より好ましくは約20~25の間に中心を有する(centered)。すなわち、該分布のモードは、前述した値の範囲間に入る。該分布は、更に好ましくは、約10 $\mu\text{m}$ 未満のサイズを有するグレインの10%未満と、約30 $\mu\text{m}$ を越えるサイズを有するグレインの10%未満とを含む。

【0021】約15 $\mu\text{m}$ よりはるかに小さい(特に8 $\mu\text{m}$ ~12 $\mu\text{m}$ 未満の)粒径に中心を有する単モードの分布は、(特に約0.5wt%より多量のバインダーの量もが使用されている際には)、プラズマ弗素に対して不適切な抵抗性を示すセラミック材料を与える。25 $\mu\text{m}$ より有意に(significantly)大きい粒径に中心を有する単モードの分布は、不適切な強度(粒径の平方根に対して反比例する強度)を有するセラミック材料を与える可能性がある。

【0022】図4は、本発明の典型的な多結晶アルミナ・セラミック材料を示す。図2で示された材料と比較すると、例示された発明の材料は、孤立した小さいグレインを囲んでいる「シリカに富む領域」は遥かに少ない。例示された発明の材料の粒径特性の単モードの分布は、図5中に示されている。

【0023】発明の材料は、弗素プラズマに対する優れた抵抗性によって特徴づけられる。プラズマ弗素への20時間暴露に基づいて計算された、約150オングストローム/hourの平均重量(gravimetric)エッチング速度は、容易に達成される。プラズマ弗素への35時間の暴露の後に測定される長期間重量エッチング速度は、おおよそサファイヤのエッチング速度、ないし50オングストローム/hourに収束することが観察される(図6を参照)。

【0024】図6中で示されるように、観察された重量エッチング速度は、時間に対して非線形的である。発明のセラミック材料(黒丸)は、当初はかなり速くエッチングされる。これは、発明の材料の焼成(firing)の間に生成した表面シリカ相の除去を反映している。表面シリカ相が除去された後、見掛け上の(apparent)エッチング速度は減少する。この体制(regime)において、該プラズマは粒界(grain boundaries)に沿ってシリカ・バインダー相をエッチングする。エッチングが進行するに従い、本発明の99.5%アルミナ・セラミック材料からなる試料を、0時間、5時間および35時間プラズマ弗素に暴露した後の粒界アスペクト比を示す図7、8および9に示すように、その粒界のアスペクト比(幅に対する高さ)は増加する。一旦該アスペクト比が約5の平均値を越えると、そのプラズマは、シリカ・バインダーをエッチングするのを継続するように、効果的に粒界に浸透する(penetrates)ことは最早ない。したがって、長時間曝露においては、エッチング速度はサファイヤのそれ(黒三角)に近づく。

【0025】低減した重量エッチング速度におけるにも

にもかかわらず、比較の高純度アルミナ(黒丸)は、全ての体制の中で類似したエッチング挙動(behavior)を示す。低減したエッチング速度は、該材料中に存在する、より小さいシリカ体積によるものと思われる。しかしながら、改良された重量エッチング抵抗性が得られるにもかかわらず、該高純度アルミナは、図10と11との比較により立証されるように、発明のアルミナと比べてより高い「グレイン引き抜き」に苦しむ。この、より高い「グレイン引き抜き」は、同様に、存在するシリカ体積の低さに帰せられる。高純度材料は、適切な粒間接着(intra-granular adhesion)を発達させるためのバインダーの十分な体積を持たず、したがって、より低い純度、すなわちより大きいバインダー体積を有する材料と比べて、より容易に粒子を遊離すると考えられる。

【0026】発明のセラミック材料中の個々のアルミナ・グレインに対するエッチング速度は、非常に低い(<100オングストローム/hour)ことが見出されている。

【0027】本発明の多結晶アルミナ・セラミック材料は、高い強度・密度ないし熱衝撃抵抗性を包含する、非常に望ましい物理的性質を有する。典型的な圧縮強度(compressive strength)は、少なくとも300,000psiである。曲げ強度(flexural strength)は、典型的には少なくとも40,000psiである。焼結後の密度は、典型的には少なくとも約3.75g/cm<sup>3</sup>である。熱衝撃(thermal shock) $\Delta T$ は、典型的には約200°Cである。

【0028】2. 発明の材料の生産

発明の多結晶アルミナ・セラミック材料を生産するための方法は、最初の素地(green body)を形成するために用いられる粉体原料(powdered material)における粒径の当初の分布の制御、および所望の最終製品を生産するための該素地の焼結中に使用される焼成シーケンス(firing sequence)の制御を含む。

【0029】最初は、約99.5wt%~99.8wt%アルミナと、その残量(balance)たる選択されたバインダーとを含み、且つ、単モードの粒径分布を有する粉体が生産される。このような分布は、例えば、ボールミル粉碎等の粉碎(milling)プロセスと、これに続く(followed by)所望の分布を得るための篩分け(sieving)によって、得ることができる。他の粉碎プロセス、好ましくは篩分けステップが続くもの、も使用可能である。当初の単モードの粒径分布は、好ましくは約0.5 $\mu\text{m}$ ~約2.0 $\mu\text{m}$ に中心を有する。

【0030】一旦、所望の単モードの粒径分布が生成されたならば、該アルミナ粉体は素地に(すなわち、コンパクト化された粉体からなる当初の未焼結体)に形成される。該素地の形成において、該材料のディメンジョン(dimensions)を、焼結の間の温度の均一性が実現されるように制御することは望ましい。

10

20

30

40

50

【0031】焼結後に付加的な機械加工が必要でないように、所望の最終的な形に該素地を形成することは、特に有益である。結果として生ずる「焼成されたままの (as-fired)」物品は、以下でより詳細に検討されるように、プラズマ弗素に対して特に改良された抵抗性を示す。

【0032】素地を生産するために用いられる圧力は、好ましくは約5000~14000 psia (より好ましくは約7000~10,000 psia) の範囲である。当初の素地密度は、好ましくは約1.8~2.2 g/cm<sup>3</sup> の範囲である。

【0033】一旦該素地が形成されると、それは、所望の最終的な粒径の単モードの分布、好ましくは約15 μm~30 μmの間を達成するのに十分な時間・温度において、且つ、許容可能な強度 (好ましくは、少なくとも3.75 g/cm<sup>3</sup>、典型的には約3.8 g/cm<sup>3</sup>) を達成するのに十分な密度で、無圧力 (pressureless) 焼結 (すなわち、環境圧力 (ambient pressure) での焼結) に供される。最小圧縮強度は、好ましくは約30,000 psi である。最小曲げ強度は、好ましくは約40,000 psi である。

【0034】好ましくは、無圧力焼結法は、約1400~1700℃、好ましくは約1600~1650℃の温度で、1~10時間、好ましくは7~8時間の間の時間で、空気 (air) 中で実行される。

【0035】発明のプロセスは、種々の製品、好ましくはそれらがプラズマ弗素暴露に供せられる環境中で使用される製品、を形成する際に使用可能なプラズマ弗素抵抗性のアルミナ・セラミック材料を与える。このような製品は、例えば、ベルジャー (bell jars)、ルツボ、および真空プロセス装置とともに使用される構成要素を含む。本発明の範囲内に入る、より具体的な製品は、チャック、ノズル、サセプター、ヒーター・プレート、クランプ・リング、シールド環、ウエハ・ポートないしチャンパー壁のような真空プロセス装置の構成要素を含む。このような製品は、全体的に、あるいは実質的に本発明のセラミック材料からなっていればよく、または、本発明のセラミック材料を含む層を、1つ又はそれ以上のその表面か部分に有していればよい。

【0036】驚くべきことに、研磨かラップ仕上等の「焼成後の加工」なしでも、プラズマ弗素に晒される表面を有するセラミック材料の平均エッチング速度は、弗素攻撃に対して、より大きい抵抗性を示す。このような「焼成されたまま」の材料は、焼成後に加工された他の方法による同一の材料 (otherwise identical materials) より小さい、最高20%までの速度でエッチングされる。これらの材料によれば、約130オングストローム/hour (20時間暴露に基づく) 未満のエッチング速

\* 度が、容易に実現される。

【0037】以下の非制限的な実施例を参照しつつ、本発明を更に説明する。

【0038】

【実施例】

実施例1

単モードの粒径分布を有する多結晶アルミナ・セラミック材料を、以下のようにして生産した。アルミナ粉体は、ボールミル中での6時間のミル粉碎 (milling) によって生産された。該粉体はフルイにかけられて、2 μmを中心とする単モードの粒径分布を有する粉体を与え、粉体状のシリカ (powdered silica) と組み合わせられて、99.5 wt%のアルミナと、0.3 wt%のシリカと、残部MgOおよびCaOとをからなる組成物を与えた。

【0039】該組成物は、直径2.5 cm、厚さ1.0 cmのディメンジョンを有し、且つ8000 psiaの圧力下で2.2 g/cm<sup>3</sup>の密度を有する素地に形成された。該素地の無圧力焼結が、空気中で1600℃、8時間実行された。結果として生じた多結晶アルミナ・セラミック材料は、3.8 g/cm<sup>3</sup>の密度と、20 μmを中心とする単モードの粒径分布とを有していた。

【0040】発明の材料は、焼成後に (研磨によって) 機械加工される (machined) か、あるいは該「焼成されたまま」の状態維持され、次いで、以下のパラメーターを有するCF<sub>4</sub>:O<sub>2</sub>のプラズマに晒された。

【0041】

組成 CF<sub>4</sub>:O<sub>2</sub>、10:1の流量比 (flow ratio)

30 圧力 30 mTorr

クーボン (Coupon) 温度 300℃

プラズマ電位 10 V

高周波 (RF) 電力 2500 W

プラズマ密度 5×10<sup>11</sup>イオン/cm<sup>3</sup>

RGAイオン分析 CF<sub>3</sub>、CF<sub>2</sub>、CF、F、O (濃度が減少している順)

発明の材料は、20時間の間暴露された。

【0042】比較クーボンは、公知のアルミナおよび窒化アルミニウム・セラミック材料、およびサファイヤからなり、同様の方法によりプラズマに暴露した。

【0043】重量エッチング速度は、20時間の暴露に基づく重量減の測定および真密度 (true density) 計算に基づき、各材料について計算された。結果は、以下の通りである。(最大誤差、±15オングストローム/hour)。

【0044】

【表1】

セラミック	エッチング速度 (オングストローム/hour)	
	研磨	焼成のまま
Wesgo A1-995 99.5%アルミナ	438	320
Kyocera A479 99.5%アルミナ	440	...
Kyocera A480 99.95%アルミナ	830	...
Kyocera SA-100 単結晶サファイヤ	70	70
NGKAN-11 99.9%窒化アルミニウム	153	...
発明品	152	127

【0045】上記表から明らかなように、発明の多結晶アルミナセラミック材料は、公知の多結晶アルミナに比べて、プラズマ弗素に対して優れた抵抗性を示し、且つ、窒化アルミニウムおよびサファイヤとの比較において優れる。

#### 【0046】

【発明の効果】発明の材料は、「グレイン引き抜き」に関して、従来技術のアルミナ・セラミック材料に伴った困難を克服し、生産が簡便であり、真空蒸着装置の構成要素および他の製品の安価な大量生産のための媒体 (medium) となる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】典型的なCVDリアクターの断面図である。該種々の構成要素が、好ましくは、本発明の多結晶アルミナセラミック材料からなる。

【図2】従来技術の多結晶アルミナ・セラミック材料の光学顕微鏡写真 (倍率266倍) であり、平均粒径6.8 $\mu$ mの双モード粒径分布を示す。

【図3】粒径の双モード分布を有する従来技術の多結晶アルミナ・セラミック材料の粒径一数のグラフである。

【図4】本発明の多結晶アルミナ・セラミック材料の光学顕微鏡写真 (倍率266倍) であり、平均粒径20 $\mu$ mの単モード粒径分布を示す。

【図5】粒径の単モード分布を有する発明の (inventive) 図3に示した多結晶アルミナ・セラミック材料の粒

\* 径一数のグラフである。

【図6】暴露表面が該暴露前に研磨された (ground)、本発明のシリカ・バインダーをもつ99.5wt%アルミナセラミック材料 (黒四角)、高純度 (99.9wt%) 多結晶アルミナ (黒丸)、およびサファイヤ (黒三角) の、 $CF_4:O_2=10:1$ のICPプラズマ (30mTorr、2500W) を使用した際のエッチング速度-時間のグラフである。発明の材料のエッチング速度の、サファイヤへエッチング速度への長期的な収束 (long-term convergence) を示している。

【図7】本発明の99.5%アルミナ・セラミック材料を0時間プラズマ弗素に晒した際の、粒界アスペクト比 (grain boundary aspect ratio) を示す図である。

【図8】本発明の99.5%アルミナ・セラミック材料を5時間プラズマ弗素に晒した際の、粒界アスペクト比を示す図である。

【図9】本発明の99.5%アルミナ・セラミック材料を35時間プラズマ弗素に晒した際の、粒界アスペクト比を示す図である。

【図10】プラズマ弗素への暴露前の、比較の高純度99.9wt%多結晶アルミナ・セラミック材料の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真 (倍率4000倍) である。

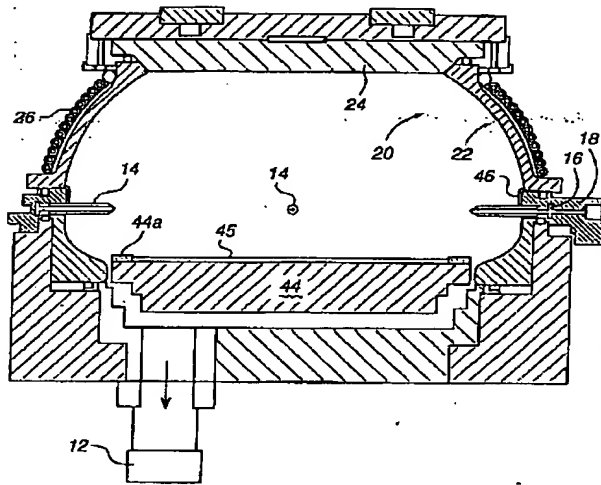
【図11】プラズマ弗素への35時間暴露後の、比較の高純度99.9wt%多結晶アルミナ・セラミック材料の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真 (倍率4000倍)

11

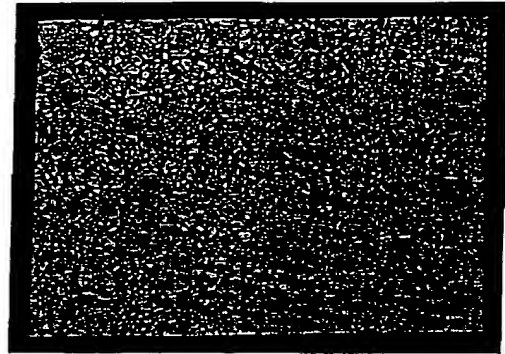
12

である。該プラズマへの暴露により生じた従来技術の材 \* \* 料に対する表面ダメージを示している。

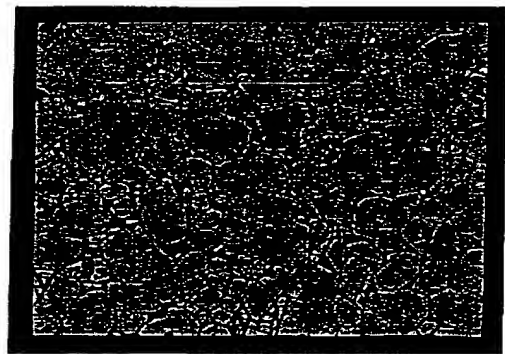
【図 1】



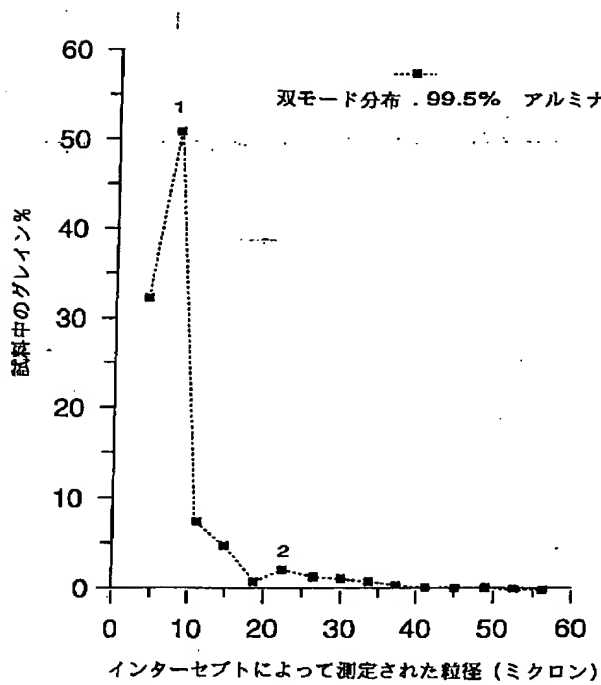
【図 2】



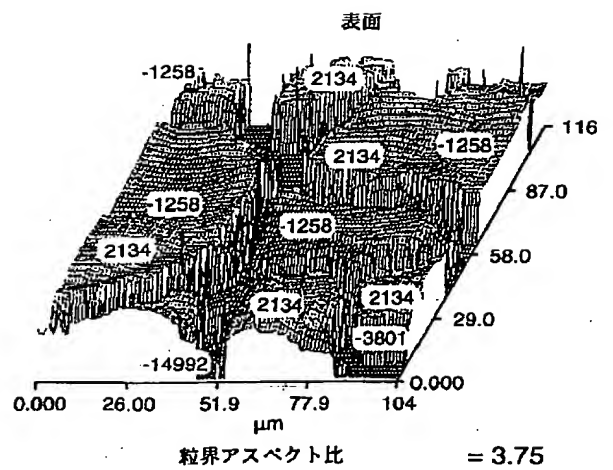
【図 4】



【図 3】

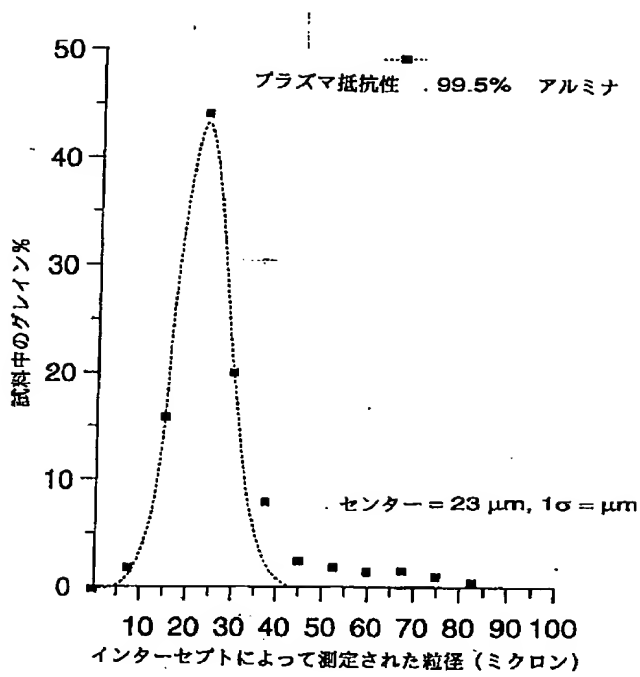


【図 7】

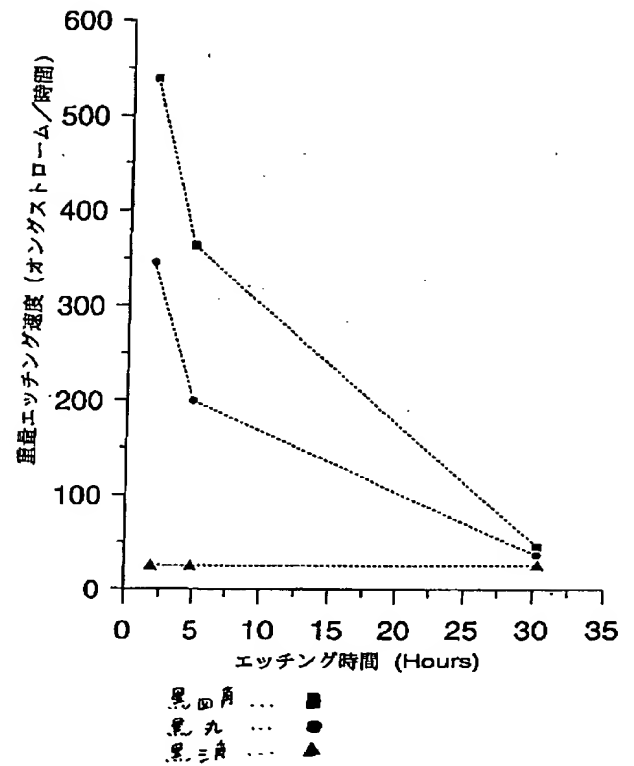




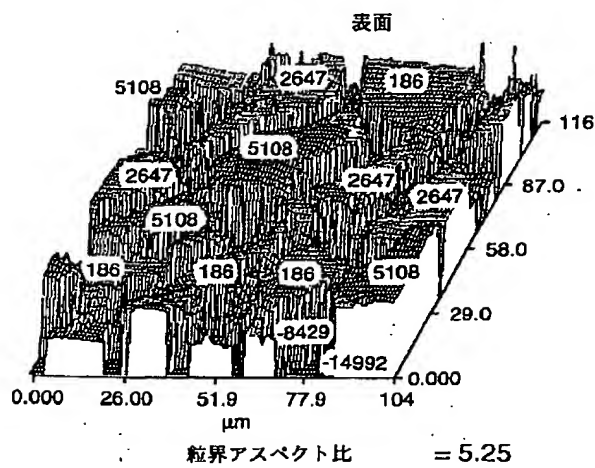
【図 5】



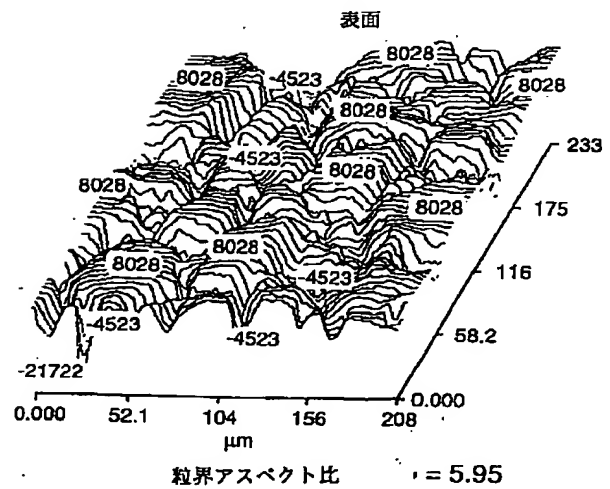
【図 6】



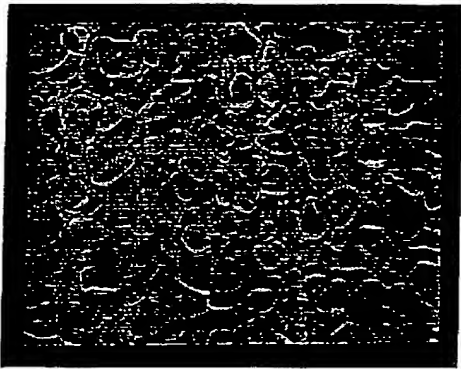
【図 8】



【図 9】

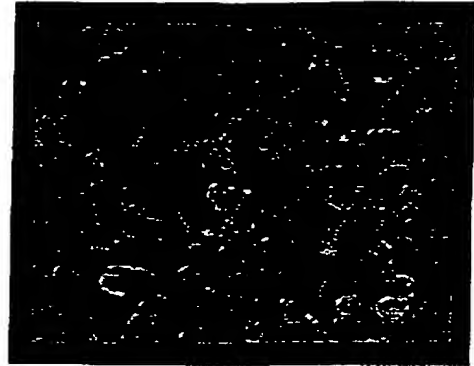


【図10】



( 先行技術 )

【図11】



( 先行技術 )

---

フロントページの続き

(72)発明者 チュグナン チュン  
アメリカ合衆国、カリフォルニア州  
95070、サラトガ、デハビランド ド  
ライヴ 19393